

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Fenol merupakan jenis polutan berbahaya yang banyak dijumpai dalam air, makanan kaleng, udara dan produk kimia (Monjovic, Z. dkk, 2011). Fenol juga bersifat karsinogenik bagi manusia, sangat beracun, sulit terdegradasi di alam, dan dapat menyebabkan gangguan kesehatan meskipun dengan kadar yang rendah (Lourido dkk, 2002). Kadar fenol yang tinggi dalam perairan dapat menyebabkan kematian bagi organisme (Dewilda, Y. dkk, 2012). Batas maksimum konsentrasi fenol yang diperbolehkan dalam perairan berdasarkan Peraturan Menteri Negara Lingkungan Hidup nomor 03 tahun 2010 adalah sebesar 1 mg/L. Deteksi fenol sangat penting dilakukan karena fenol mempunyai toksisitas yang tinggi dan mudah larut sehingga berbahaya bagi kesehatan manusia (Monjovic, Z. dkk, 2011). Oleh karena itu diperlukan kontrol terhadap kadar fenol, sehingga diperlukan metode analisis yang sensitive, akurat dan teliti.

Banyak metode penentuan fenol yang dikembangkan seperti metode spektrofotometri, dan metode kromatografi cair kinerja tinggi (KCKT) (Vanbeneden, dkk 2006). Metode spektrofotometri merupakan metode yang sensitif namun tahapan preparasi sampel yang rumit dan waktu analisis yang relatif lama, selain itu menggunakan berbagai reagen dalam proses analisisnya. Untuk metode kromatografi cair kinerja tinggi (KCKT) dalam proses analisisnya membutuhkan pemilihan kolom, fase gerak dan fase diam yang cocok sehingga kurang sesuai untuk penentuan analit tunggal.

Metode elektrokimia menggunakan elektroda termodifikasi merupakan teknik yang menjanjikan dan menarik untuk dipelajari karena mempunyai beberapa keuntungan antara lain mempunyai sensitivitas yang tinggi, preparasi sampel yang sederhana dan hanya membutuhkan sampel yang sedikit, dibandingkan dengan teknik KCKT dan spektrofotometri (Monjovic, Z. dkk, 2011). Senyawa fenol dapat mengalami oksidasi sehingga dapat berperan sebagai reduktor (Mathiyarasu dkk, 2004). Fenol merupakan senyawa elektroaktif yang dapat mengalami reaksi oksidasi sehingga dapat dianalisis dengan metode elektrokimia. Metode elektrokimia juga telah banyak dipelajari bergantung pada jenis elektroda, pH, dan metode pengukuran yang dipakai (Zhao dkk, 2009; Cervini dkk, 2006, Zhou dkk, 2014). Berbagai elektroda seperti elektroda PbO₂-karbon pasta, elektroda termodifikasi enzim dan elektroda carbon termodifikasi nafion telah banyak diteliti untuk penentuan oksidasi fenol (Monjovic, Z. dkk, 2011).

Dalam penelitian-penelitian sebelumnya (Kilmartin dkk, 2004; Sousa dkk, 2004; Yakouleva dkk, 2007 Makhotkina dan Kilmartin, 2010; Bisetty dkk 2011; Magarelli, 2013) sebagian besar elektroda kerja yang digunakan yaitu elektroda karbon kaca, tetapi dalam penelitian ini digunakan elektroda karbon *screen printed* (SPCE). Penggunaan elektroda karbon kaca membutuhkan larutan analit yang banyak (mL), sedangkan elektroda *screen printed* dapat digunakan untuk mengukur larutan analit dalam jumlah sedikit (μL).

Penentuan fenol dengan metode voltametri siklik telah banyak dipelajari pada berbagai modifikasi elektroda kerja. Pada tahun 2014, Electronic dkk memodifikasi elektroda kerja dengan Np-CPE, Ag/AgCl sebagai elektroda pembanding dan Pt sebagai elektroda pendukung digunakan penentuan fenol

dengan metode voltametri siklik. Alemu dkk (2014), memodifikasi elektoda dengan *Single wall carbon nanotube* (SWCNT)/GCE. Elektroda termodifikasi digunakan untuk penentuan fenol secara voltametri siklik dan *Differential pulse voltammetry* (DPV). Negash dkk, memodifikasi elektroda kerja dengan *Poli*(3,4-ethylenedioxythiophen) yang diimmobilisasikan pada *Single wall carbon nanotube* (SWCNT). Hasil modifikasi digunakan untuk penentuan fenol secara voltametri siklik dan Amperometry. Metode voltametri siklik, dapat memberikan cara yang lebih baik untuk mengendalikan pertumbuhan film polimer dan untuk menghindari over oksidasi pada fenol.

Modifikasi permukaan elektroda dapat dilakukan dengan penambahan berbagai substansi seperti oksida logam, polimer dan enzim (Renedo dkk, 2007), Salah satunya yaitu dengan melapiskan permukaannya menggunakan polimer konduktif, karena dapat meningkatkan sensitivitas dan selektivitas pengukuran dalam analisis kimia (Silva dan Ferreira, 2012). Di antara berbagai jenis polimer konduktif, polipirrol (Ppy) telah digunakan untuk modifikasi elektroda karena memiliki konduktivitas yang tinggi yaitu $10^2 - 7,5 \times 10^3$ S/cm (Kim, 1999), memiliki sifat penghantar arus listrik, dan sifat mekanik yang baik (Sadki dkk, 2000), mudah disintesis dalam pelarut air dan ketebalan film dapat dikendalikan dengan proses elektropolimerisasi (Kamalzadeh dan Shahrokhian, 2014). Polipirrol merupakan senyawa heterosiklik dan salah satu polimer konduktif yang mampu mengantarkan arus listrik yang dapat disintesis secara elektrokimia dengan penambahan pengotor dapat meningkatkan konduktivitas listriknya (Sadki dkk, 2000).

Selain menggunakan polimer konduktif, digunakan juga nanopartikel oksida. Salah satunya yaitu silikon oksida (SiO_2) yang dapat meningkatkan

kepekaan pada elektroda. Oksidasi silikon oksida (SiO_2) memiliki sejumlah bentuk Kristal yang berbeda (polimorf) selain bentuk – bentuk amorf. Nanopartikel SiO_2 amorf bisa digunakan dalam proses pembuatan substrat elektronik, substrat lapisan tipis, insulator listrik dan insulator termal (Zawrah dkk, 2009). Silika merupakan campuran oksida yang memiliki sifat mekanik baik, porositas tinggi, kestabilan panas, dan daya dispersi yang besar. Campuran oksida memiliki sifat fisik dan kimia yang unggul seperti dapat digunakan pada kondisi stabil secara kimia dan memiliki keasaman permukaan yang kuat (Wu, dkk 2004). Pada tahun 2010, Zhang dkk melaporkan silikon oksida (SiO_2) yang digunakan sudah dalam bentuk silikon oksida (SiO_2). Pada tahun 2013, Zhang dkk menggunakan Na_2SiO_3 untuk memperoleh silikon oksida (SiO_2). Pada penelitian ini, silikon oksida (SiO_2) berasal dari hasil sintesis reaksi dari *Tetraethylorthosilicate* (TEOS) dengan etanol (Baganskiene dkk, 2004). Keuntungan digunakannya silikon oksida (SiO_2) antara lain yaitu memiliki, luas permukaan yang besar, dan daya adsorpsi yang tinggi (Zhang, dkk 2010).

Atas dasar hal tersebut di atas, maka dalam penelitian ini akan dilakukan perbandingan kinerja dari bahan material untuk penentuan fenol menggunakan SPCE yang dimodifikasi dengan polimer konduktif dan nanopartikel oksida. Jenis bahan material yang dimaksud yaitu SiO_2 dan Ppy- SiO_2 . Material tersebut dilapiskan tepat pada permukaan elektroda karbon *screen printed*. Pada penelitian ini, dipelajari diantaranya yaitu pengamatan morfologi permukaan elektroda karbon *screen printed* (SPCE) dengan menggunakan instrumen *Scanning Elektron Microscopy* (SEM), penentuan jenis material yang tepat untuk penentuan fenol yang dilapiskan pada permukaan elektroda karbon *screen printed* (SPCE),

pengaruh pH, pengaruh elektrolit menggunakan metode voltametri siklik dan *Differential pulse voltammetry* (DPV).

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian latar belakang di atas, maka dapat dirumuskan beberapa permasalahan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Bagaimana kinerja elektroda kerja pada SPCE yang termodifikasi SiO_2 dan termodifikasi Ppy- SiO_2 untuk penentuan fenol?
2. Bagaimana pengaruh pH terhadap E_{pa} dan I_{pa} fenol pada permukaan elektroda kerja polipirol(Ppy)- SiO_2 dengan metode voltametri siklik dan *differential pulse voltammetry*?
3. Bagaimana kinerja elektroda hasil modifikasi untuk penentuan fenol secara *Differential pulse voltammetry* (DPV) ?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dilakukannya penelitian ini adalah untuk:

1. Mengetahui kinerja elektroda kerja pada SPCE yang termodifikasi SiO_2 dan termodifikasi Ppy- SiO_2 untuk penentuan fenol.
2. Mempelajari pengaruh pH terhadap terhadap E_{pa} dan I_{pa} fenol pada permukaan kerja polipirol(Ppy)- SiO_2 dengan metode voltametri siklik dan *differential pulse voltammetry*
3. Menentukan kinerja elektroda hasil modifikasi untuk pengukuran fenol secara *Differential pulse voltammetry* (DPV)

1.4 Batasan Masalah

Berdasarkan rumusan masalah sebelumnya, maka batasan masalah dalam penelitian ini adalah:

1. Elektroda yang digunakan adalah *Screen Print Carbon Electrode* (SPCE)
2. Polimer konduktif yang digunakan adalah polipirrol sedangkan nanopartikel oksida yang digunakan adalah Silika dioksida (SiO_2)
3. Sistem tiga elektroda SPCE yang digunakan terdiri dari karbon *screen printed* sebagai elektroda kerja dan pendukung serta Ag/AgCl *screen printed* sebagai elektroda pembanding.
4. Modifikasi elektroda dengan Ppy- SiO_2 dilakukan dengan elektropolimerisasi menggunakan voltametri siklik.

1.1 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi mengenai *Screen Printed Carbon Electrode* (SPCE) yang dimodifikasi dengan Ppy- SiO_2 menggunakan metode voltametri siklik dan *differential pulse voltammetry* (DPV) yang dapat digunakan untuk penentuan fenol.